

L1 ANSWER 1 OF 3 HCAPLUS COPYRIGHT 2010 ACS on STN  
 AN 1975:606102 HCAPLUS Full-text  
 DN 83:206102  
 OREF 83:32435a, 32438a  
 TI Coumarin derivatives  
 IN Umezawa, Hamao; Kataoka, Mutsuo; Hosoi, Kazuo; Kawabe, Norio; Ohno, Masaji; Takeuchi, Tomio  
 PA Toray Industries, Inc., Japan  
 SO Jpn. Kokai Tokkyo Koho, 7 pp.  
 CODEN: JKXXAF  
 DT Patent  
 LA Japanese  
 FAN, CNT 1

PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI JP 50046666	A	19750425	JP 1973-92456	19730820 <-
PRA1 JP 1973-92456	A	19730820		
IPCI C07D0311-56; C07D0311-00 [C*]; A61K0031-37 [ICA]; A61K0031-366 [ICA, C*]				
IPCR C07D0311-00 [I, C*]; C07D0311-56 [I, A]; A61K0031-366 [N, C*]; A61K0031-37 [N, A]				
CC 27-14 (Heterocyclic Compounds (One Hetero Atom))				
TI Coumarin derivatives				
ST antibacterial cinnamoylcoumarin; hypotensive cinnamoylcoumarin; antiinflammatory cinnamoylcoumarin; coumarin cinnamoyl				
IT Antihypertensives				
Bactericides, Disinfectants and Antiseptics				
Inflammation inhibitors (cinnamoylcoumarins)				
IT 57339-78-3P 57339-79-4P 57339-80-7P 57339-81-8P 57339-82-9P				
57339-83-0P 57339-84-1P 57339-85-2P 57339-86-3P 57339-87-4P				
RL: SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation) (preparation and bactericidal, hypotensive, and antiinflammatory activites of)				
IT 57339-61-4P 57339-62-5P 57339-63-6P 57339-64-7P 57339-65-8P				
57339-66-9P 57339-67-0P 57339-68-1P 57339-69-2P 57339-70-5P				
57339-71-6P 57339-72-7P 57339-73-8P 57339-74-9P 57339-75-0P				
57339-76-1P 57339-77-2P 57339-88-5P 57339-89-6P 57339-90-9P				
57339-91-0P 57339-92-1P 57339-93-2P 57339-94-3P 57339-95-4P				
57339-96-5P 57339-97-6P 57339-98-7P 57339-99-8P 57340-00-8P				
57340-01-9P 57340-02-0P 57340-03-1P 57340-04-2P 57340-05-3P				
57340-06-4P 57340-07-5P 57340-08-6P 57340-09-7P				
RL: SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation) (preparation and bactericidal, hypotensive, and antiinflammatory activites of)				
IT 57339-60-3P				
RL: RCT (Reactant); SPN (Synthetic preparation); PREP (Preparation); RACT (Reactant or reagent) (preparation and hydrogenation of)				
IT 2555-37-5				
RL: RCT (Reactant); RACT (Reactant or reagent) (reaction of, with benzaldehyde)				
IT 100-52-7, reactions				
RL: RCT (Reactant); RACT (Reactant or reagent) (with acetylhydroxycoumarin)				
GF For diagram(s), see printed CA Issue.				

AB Coumarins I (R = aromatic groups; n = 1-2) were prepared by condensation reaction of 3-acetyl-4-hydroxycoumarin (II) with aromatic aldehydes R(CH<sub>2</sub>CH)n-1CHO in the presence of organic amines. I were optionally converted into III by hydrogenation. I and III had antibacterial, hypotensive, and antiinflammatory activities (no data). Thus, reflux of a mixture of II 6.50, BzH 3.36, and piperidine 1.05 g in CHCl<sub>3</sub> 4 hr gave 56% 3-cinnamoyl-4-hydroxycoumarin (IV). Hydrogenation of 3.23 g IV in THF on 5% Pd-C 1.5 hr gave 82% 3-hydrocinnamoyl-4-hydroxycoumarin. Among 50 addnl. I and III prepared were 3-[3-(m-hydroxycinnamoyl)-4-hydroxycoumarin, 3-[3-(m-hydroxyphenyl)propionyl]-4-hydroxycoumarin, and 3-(p-hydroxycinnamoyl)-4-hydroxycoumarin.

OSC. G 5 THERE ARE 5 CAPLUS RECORDS THAT CITE THIS RECORD (5 CITINGS)



(但し式中 Ar は芳香族を示し且は 1 または 2 を示す)。

特開 昭50-466662  
0.5~1.0 倍当量、好ましくは 1~2 倍当量が用いられる。

芳香族アルデヒド(I)は前記一般式で示される化合物であればいづれでもよいが、特に Ar がフェニル基もしくはナフチル基または、それらの 1、2 もしくは多核置換体またはフリル基、チエニル基、ピロリル基が好ましい。チエニル基もしくはナフチル基に核置換される基としてはヒドロキシル基、フルオロ基、クロル基、ブロム基、ヨード基、低級アルキルオキシ基(低級アルキルは炭素数 1~5 の飽和炭化水素を表わす。以下の低級アルキル基も同様)、カルボキシル基、低級アルコキシカルボニル基、シアノ基、低級アルキル基、アミノ基、モノ又はジ低級アルキルアミノ基、低級アシロキシ基、トリフルオロメチル基、カルバモイル基、ニトロ基、<sup>3</sup>、<sup>4</sup>、<sup>5</sup>、<sup>6</sup>アルキレンジオキシ、等が好ましい。

反応の実施に際し、芳香族アルデヒド(I)は通常 3-アセチル-4-オキシクマリン(I)に対し

反応には通常有機溶媒が用いられるが、溶媒としては試薬に不活性なものであればいがなるものでも良い。かかる溶媒としてはメタノール、エタノール、<sup>1</sup>ブロベノール、<sup>1</sup>iso-ブロベノール等のアルコール類、ベンゼン、トルエン等の芳香族炭化水素、ジクロルメタン、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロルエタン、トリクロレン等の塩素化炭化水素、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、ジメチルスルホキサイド、ジメチルホルムアミド等である。

反応系に共存させる有機アミンは所謂クライゼン-シユミット縮合を生起するものであればいづれでもよく、モルホリン、ピペリシン、ピロリジン、シクロヘキシルアミン又はこれらと酢酸との塩等が用いられる。これら有機アミンは 3-アセチル-4-オキシクマリン(I)に対し 0.01~5 倍当量好ましくは 0.1~1.0 倍当量が用いられる。

反応温度は室温~100℃付近が用いられる。

通常の溶媒ではその溶媒の沸点付近が好ましい。

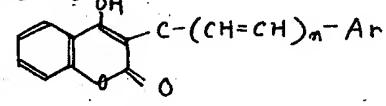
本発明の特記すべき点は反応系中に種々の乾燥剤を共存させ、反応で生成する水を除くことにより生成物の収率を上げ得ることにある。

用いる乾燥剤としては、無水硫酸ナトリウム、無水硫酸マグネシウム、モレキュラーシーブ等がある。乾燥剤は直接反応混合物中に共存させるか、あるいは、反応容器と、冷却器との間に乾燥剤をつめたソックス<sup>V</sup>ー抽出器をつけ、過流する溶媒より水分を除く等の方法で使用され得る。用いる乾燥剤の量は反応で生成する水分を吸収し得る量以上であればよいが、通常は 2 倍以上が好ましい。

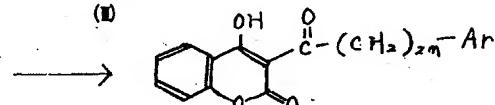
かくして反応中あるいは反応後に生成物の結晶が析出する時はこれを汎取する。反応後結晶が析出しない時は、溶媒を留去後、再結晶する。その他通常用いられる精製法により一般に高収率で化合物(II)が得られる。

本発明方法のガニはかくして得られた化合物

(II)を接触還元し生理活性物質(IV)を製造するものである。



(II)



(IV)

この反応には白金、パラジウム、ロジウム、あるいはこれらを活性炭等の担体上に保持させた触媒あるいはラネニッケル等の自体周知の接触還元触媒を用いる。

これら触媒存在下に水素ガスを反応させるに際しては通常溶媒が用いられるが、かかる溶媒としてはメタノール、エタノール、<sup>1</sup>ブロベノール、<sup>1</sup>iso-ブロベノール等のアルコール類、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、酢酸、プロピオン酸等のカルボン酸、酢酸エチル等のエステル類、あるいは、カセイアルカリの水溶液またはアルコール溶液等がある。

水添反応は常温常圧で十分進行する。かくして、反応後、触媒を沪過して除き、溶媒を留去することにより化合物(Ⅲ)が定量的に得られる。この後、再結晶、シリカゲルクロマト等により容易に精製することができ、化合物(Ⅲ)が高収率で得られる。

かくして得られる化合物(Ⅲ)、(Ⅳ)は抗菌剤としても有効であるが、さらに本発明者等は、血压降下剤、抗炎症剤、等としても有用であることを見い出した。

すなわち化合物(Ⅲ)、(Ⅳ)はチロシンヒドロキシラーゼ、ドーパミンBヒドロキシラーゼに対して強力な阻害作用を持ちノルアドレナリンの合成を阻害することが見い出された。

また、ラットに対するカラゲニン浮腫に対して強い抑制作用を有している。

次に本発明の実施例について説明する。

#### 実施例 1

3-シンナモイル-4-オキシクマリン  
3-アセチル-4-オキシクマリン 6.50

圧にて水添する。1.5時間で理論量の冰素を吸収する。触媒を沪取して除き、溶媒を減圧留去する。得られる無色結晶をエタノールより再結晶する。2.85g(82%)の目的物が得られる。mp 124-125°C 分析値を示す。

実測値	0.0%	H.0%
計算値 C <sub>18</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	73.18	5.00
	73.46	4.80

#### 実施例 3

3-(m-オキシシンナモイル)-4-オキシクマリン

3-アセチル-4-オキシクマリン 5.96g  
m-オキシベンズアルデヒド 3.56g、ビペリジン 0.62g をクロロホルム 50mL に溶かし、2時間加熱還流する。この間、ソックスレー抽出器に無水硫酸ナトリウムをつめたものを用い反応で生成する水を除く。反応後、反応混合物を冰冷し、結晶を沪取する。ジメチルホルムアミド-エタノールより再結晶。5.44g(60%)の目的物を得る。mp 265-268°C

特開 昭50-46666(3)  
g、ベンズアルデヒド 3.56g、ビペリジン 1.05g をクロロホルム 60mL に溶かし4時間、加温還流する。この間ソックスレー抽出器に無水硫酸ナトリウムをつめたものを用い、反応で生成する水を除く、反応混合物にエタノール 20mL を加えると結晶が析出する。冷却後結晶を沪取し、エタノールで洗浄する。得られる結晶をジメチルホルムアミド-エタノールより再結晶する。5.14g(56%)の結晶が得られる。

mp [217-219°C]	分析値を示す
実測値	C.0% H.0% 73.82 4.32
計算値 C <sub>18</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	73.96 4.14

#### 実施例 2

3-ヒドロシンナモイル-4-オキシクマリン

3-シンナモイル-4-オキシクマリン 3.23g をテトラヒドロフラン 150mL に溶かし、5% パラジウム-炭素 300mg を加え、常温常

分析値を示す。

	C.0%	H.0%
実測値	69.92	4.21
計算値 C <sub>18</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	70.15	3.92

#### 実施例 4

3-(m-オキシヒドロシンナモイル)-4-オキシクマリン

3-(m-オキシシンナモイル)-4-オキシクマリン 3.87g をテトラヒドロフラン 150mL にけんかくさせ、5% パラジウム-炭素 300mg を加え、常温常圧にて水添する。2時間で理論量の水素を吸収する。触媒を沪過して除き、溶媒を減圧留去する。得られる結晶をエタノールより再結晶する。5.16g(82%)の目的物が得られる。mp 162-163°C 分析値を示す。

	C.0%	H.0%
実測値	69.47	4.61
計算値 C <sub>18</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	69.67	4.55

以下実施例を表にて示す。

	構造式	反応溶媒	触媒	再結晶溶媒収率	m.p.°C	分析値、上が実測値、下が計算値		
						C (%)	H (%)	O (%)
5	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	クロロホルム	ビペリジン	D M F - E T O H 4 9 %	2 9 4 - 2 9 6 °C dec	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> 7 0.90 7 0.13	4.22 3.92	
6	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	T H F	5% pd-c	ジオキサン- E T O H 7 4 %	1 9 8 - 1 9 9 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> 6 9.58 6 9.67	4.71 4.55	
7	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	クロロホルム	ビペリジン	D M F - E T O H 5 0 %	2 1 2 - 2 1 4 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> 6 9.90 7 0.13	4.15 3.92	
8	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	T H F	5% pd-c	E T O H 7 5 %	1 7 4 - 1 7 6 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> 6 9.42 6 9.67	4.52 4.55	
9	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	トリクレン	ビペリジン	D M F - E T O H 5 6 %	2 0 4 - 2 0 7 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> Cl 6 5.91 6 6.17	5.57 5.39	1 0.86 1 0.85
10	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	T H F	5% pd-c	ジオキサン- E T O H 7 2 %	1 4 8 - 1 5 1 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> Cl 6 5.80 6 5.76	4.09 3.99	1 0.52 1 0.79
11	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	トリクレン	ビペリジン	D M F - E T O H 5 5 %	1 7 6 - 1 7 9 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> Cl 6 6.58 6 6.17	5.57 5.39	1 0.88 1 0.85
12	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	T H F	5% pd-c	T H F - E T O H 8 0 %	1 2 5 - 1 2 7 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> Cl 6 5.89 6 5.76	4.02 3.99	1 0.62 1 0.79
13	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	トリクレン	ビペリジン	D M F - E T O H 6 2 %	1 7 7 - 1 7 9 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> Cl 6 6.54 6 6.17	5.50 5.39	1 0.69 1 0.85
14	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	T H F	5% pd-c	T H F - E T O H 8 1 %	1 2 4 - 1 2 6 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> Cl 6 5.59 6 5.76	4.06 3.99	1 0.91 1 0.79
15	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	トリクレン	ビペリジン	D M F - E T O H 5 2 %	1 9 3 - 1 9 6 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub> 7 0.76 7 0.80	4.41 4.38	
16	<chem>Oc1ccc2c(c1)C(=O)C(=O)c3ccccc32</chem>	T H F	5% pd-c	T H F - E T O H 8 5 %	1 5 3 - 1 5 4 °C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub> 7 0.51 7 0.56	5.06 4.98	

E T O H : エタノール

6. 前記以外の発明者

T H F : テトラヒドロフラン

D M F : ジメチルホルムアミド

カマクラシ ツニシ  
鎌倉市津西1丁目31番地22号カタオカムツオ  
片岡睦雄

特許出願人 東レ株式会社

カマクラシ テビロ  
鎌倉市手伝660-1 東レ鎌倉山寮  
ホソイカズオ  
細井和男

代理人 篠田巖

カマクラシ ツニシ  
鎌倉市津西2丁目1番地17号  
カワ川ベノリオ  
川辺紀雄カマクラシ ツニシ  
鎌倉市津西2丁目5番21号  
オオノマサジ  
大野雅二カマクラシ ツニシ  
東京都品川区東五反田5-1-1  
竹内トミオ  
竹内富雄

48.10.17

昭和 年 月 日

特許庁長官 斎藤英雄殿

## 1. 事件の表示

昭和48年特許願第 92456号

## 2. 発明の名称

生理活性物質の製造法

## 3. 特許出願人住所・名称

東京都中央区日本橋室町2丁目2番地  
 (315) 東レ株式会社  
 代表者 斎藤吉次英

## 4. 代理人住所・氏名

東京都中央区日本橋室町2丁目2番地  
 東レ株式会社内  
 電話 (270) 0111  
 (6503) 篠田巖

## 5. 補正命令の日付

自 発

## 6. 補正の対象

発明の詳細を説明の欄

## 7. 補正の内容

別紙のとおり



明細書第11頁と第12頁の間に下記表を挿入する。

構 造 式	反応溶媒	触媒	再結晶溶媒 収率	mp°C	分析値		
					C (%)	H (%)	N (%)
17	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtOH 6.6%	166-167°C	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O <sub>5</sub>	70.68	4.45
18	T H F	5% pd-c	THF-EtOH 8.7%	112-114°C	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O <sub>5</sub>	70.29	5.04
19	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtOH 6.2%	199-201°C	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O <sub>5</sub>	70.76	4.54
20	T H F	5% pd-c	THF-EtOH 8.5%	132-133°C	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O <sub>5</sub>	70.26	5.06
21	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtOH 7.8%	275-276°C	C <sub>10</sub> H <sub>11</sub> O <sub>4</sub> N	71.84	6.65
22	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtOH 8.4%	181-183°C	C <sub>10</sub> H <sub>13</sub> O <sub>4</sub> N	71.42	4.35
23	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtOH 6.8%	172-175°C	C <sub>20</sub> H <sub>16</sub> O <sub>6</sub>	71.29	4.80
24	T H F	5% pd-c	THF-EtOH 8.4%	141-142°C	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>6</sub>	71.12	5.35
25	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtOH 6.4%	229-232°C dec	C <sub>20</sub> H <sub>17</sub> O <sub>4</sub> N	71.64	5.29
26	T H F	5% pd-c	EtOH 6.1%	154-155°C	C <sub>20</sub> H <sub>19</sub> O <sub>4</sub> N	71.51	5.52

構造式	反応溶媒	触媒	再結晶溶媒	mp°C	分析値	上が実測値、下が計算値 C(%) H(%)
27	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 6.2%	144-146°C	C <sub>21</sub> H <sub>18</sub> O <sub>6</sub>	75.14 5.31 75.43 5.43
28	T H F	5% pd-c	EtOH 8.9%	116-118°C	C <sub>21</sub> H <sub>20</sub> O <sub>6</sub>	74.52 5.99 74.98 5.99
29	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 6.0%	222-224°C	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>6</sub>	68.15 4.75 68.18 4.58
30	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtOH 8.7%	169-172°C	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>6</sub>	67.67 5.27 67.79 5.12
31	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 7.1%	227-229°C	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>6</sub>	68.13 4.72 68.18 4.58
32	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtOH 8.9%	170-173°C	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>6</sub>	67.66 5.24 67.79 5.12
33	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 7.3%	235-238°C	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> O <sub>6</sub>	67.45 4.23 67.45 4.17
34	T H F	5% pd-c	ジオキサン-石油ベンジン 8.4%	184-186°C	C <sub>19</sub> H <sub>16</sub> O <sub>6</sub>	66.80 4.68 67.05 4.75
35	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 7.0%	225-228°C	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> O <sub>6</sub>	67.12 4.25 67.45 4.17
36	T H F	5% pd-c	ジオキサン-ローキサン 8.6%	148-150°C	C <sub>19</sub> H <sub>16</sub> O <sub>6</sub>	66.95 4.83 67.05 4.75

	構造式	反応溶媒	触媒	再結晶溶媒	mp°C	分析値	上が実測値、下が計算値 C(%) H(%)
37	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 4.7%	278-282°C dec	C <sub>19</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub>	64.48 3.87 64.67 3.73	
38	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtOH 6.9%	210-215°C	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> O <sub>6</sub>	64.26 4.54 64.25 4.52	
39	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 7.6%	190-193°C	C <sub>20</sub> H <sub>16</sub> O <sub>6</sub>	68.04 4.74 68.18 4.58	
40	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtOH 5.2%	164-165°C	C <sub>20</sub> H <sub>18</sub> O <sub>6</sub>	67.57 5.03 67.79 5.12	
41	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 5.2%	263-264°C	C <sub>19</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub>	67.58 3.72 67.85 3.60	
42	T H F	5% pd-c	ジオキサン-EtOH 8.6%	144-146°C	C <sub>19</sub> H <sub>14</sub> O <sub>6</sub>	67.88 4.28 67.45 4.17	
43	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 6.7%	239-240°C	C <sub>19</sub> H <sub>16</sub> O <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub>	52.80 2.94 12.70 52.85 2.79 12.65	
44	T H F	5% pd-c	ジオキサン-石油ベンジン 8.6%	153-155°C	C <sub>19</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub>	52.59 3.49 12.28 52.52 3.33 12.53	
45	トリクレン	ビペリジン	DMF-EtOH 7.3%	226-228°C	C <sub>19</sub> H <sub>16</sub> O <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub>	52.72 3.01 12.68 52.85 2.79 12.63	
46	T H F	5% pd-c	ジオキサン-石油ベンジン 8.0%	125-127°C	C <sub>19</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub> Cl <sub>2</sub>	52.73 3.48 12.40 52.52 3.33 12.53	

構造式	反応溶媒	触媒	再結晶溶媒	mp°C	分析値	上が実測値、下が計算値
47.	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtOH 7.1%	211-214°C	C <sub>18</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub> 59.73 59.85	2.82 2.79 19.68 19.63
48.	T. H. F. 5% pd-c		ジオキサン-2-ヒドロキサン THF-EtOH 3.9%	153-155°C	C <sub>18</sub> H <sub>12</sub> O <sub>4</sub> Cl <sub>2</sub> 59.61 59.52	3.49 3.33 19.05 19.53
49.	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtOH 6.2%	225-226°C	C <sub>20</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	75.30 75.46 4.64 4.45
50.	T. H. F. 5% pd-c		ジオキサン-2-ヒドロキサン 8.7%	106-107°C	C <sub>20</sub> H <sub>16</sub> O <sub>4</sub>	74.66 74.52 5.63 5.63
51.	トリクレン	ビベリジン	DMF-EtOH 8.0%	210-211°C	C <sub>22</sub> H <sub>18</sub> O <sub>4</sub>	68.03 68.08 3.73 3.51
52.	T. H. F. 5% pd-c		EtOH 2.5%	135-137°C	C <sub>24</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>	-67.54 67.40 4.38 4.26